

# 低温で動作する MOS-FET を用いた NMR マージナル発振器 (第1報)

八 木 寿 郎<sup>\*</sup>・井 上 正<sup>\*</sup>・立 川 敏 明<sup>\*</sup>・内 藤 隆<sup>\*</sup>

## NMR Marginal Oscillator with MOS-FET Operating at Low Temperature (I)

Hisao YAGI, Masasi INOUE, Toshiaki TATSUKAWA, Takashi NAITO

(Received March 28, 1972)

A metal-oxide-semiconductor field effect transistor (MOS-FET) has been successfully used as an active element for an NMR marginal oscillator, with the use of other circuit elements of silvered mica capacitors and metal oxide film resistors. The whole assemble of the marginal oscillator was immersed into a liquid refrigerant ( $N_2$  or He), and a stable oscillation with frequency of 20 MHz was observed at 77 and 4.2 K. Measurements were made of the I-V characteristics of a MOS-FET (3SK35) and of repeatabilities of the capacitors and resistors used. Attempts of the NMR measurements for  $Al^{27}$  in ruby and proton in  $H_2O$  were also made at room temperature.

### 1 序

V-バンド (50GHz) の ESR (X-バンド (10GHz) も含む) および ENDOR の実験において、磁界の精密測定 (有効数字4桁以上) を行なうため、われわれはすでに真空管を用いたマージナル型パウンドボックスの NMR 発振器を試作した。<sup>1)</sup> 測定プローブとしてプロトン ( $H^1$ ) またはバナジウム ( $V^{51}$ ) を用い、実験用デュワーの外側にとりつけたが、ESR および ENDOR 用の試料とプローブとは電磁石の磁極内の位置が少し離れているので、実際は試料の位置での正確な磁界強度を知ることができない。また NMR 信号の感度を上げるため、発振器は通常発振が停止する直前で動作させてあるため、発振回路 (LC 同調方式) のうちコイルのインダクタンス L までの伝送線の長短により、線間容量や実際のインダクタンスが複雑に変化し、安定に動作させることが容易でないことも経験した。しかし、ともかくこの方式で磁界測定や室温に

おけるルビー中の  $Al^{27}$  核の NMR 実験を行なうことができた。<sup>2)</sup>

その後、NMR 発振器の小型化、安定化、感度の向上のためいくつかの改良を試みてきた。第一に、発振方式は LC 回路のマージナル型パウンドボックスに限定し、Garwin ら<sup>3)</sup> の方法で LC 同調部のみを小型に組立てる方法、<sup>4)</sup> ついで真空管の代りに接合型電界効果トランジスタ\*\*を用い発振器全体を小さく組立てる方法を試みた。<sup>5)</sup> これらいずれも小型化さらに直接デュワー内部に入れて核磁気共鳴の実験を行なうことを目標としたものである。Junction FET はその性質上室温で動作させるには十分であるが、低温では都合が悪い。しかし、この FET で安定に発振することを確かめたことは次の段階へ発展する上に大きな意義があった。

一方、電子回路の小型化および主として熱雑音を小さくするため、最近液体ヘリウム温度で動作する電子

\* Department of Applied Physics, \*\* Junction Field Effect Transistor, 以下 Junction FET という。

技術（クライオエレクトロニクスと呼ぶ人もいる<sup>6)</sup>）が注目されている。たとえば、Gillら<sup>7)</sup>は反強磁性の  $\text{MnF}_2$  中の  $\text{F}^{19}$  核の NMR 信号が 10~40K の温度範囲で大きな温度依存性を示すことを利用した精密温度計を考案した；その NMR 発振器はオートダイナ方式のマージナル型であり、二つの電界効果トランジスタ（3N128, RCA）を用いた。また、わが国でも低温でかつ 50MHz 以上の高い周波数で、強磁性や反強磁性物質の NMR 実験を行なうため、同様の研究が津田ら<sup>8)</sup>によって試みられた； $\text{Mn}_4\text{N}$  中の  $\text{Mn}^{55}$  核の信号を 4.2K で観測した。これらはいずれも、発振器の能動素子として、金属-酸化物-半導体電界効果トランジスタ\*\*が極低温で動作することを利用したもので、新しい方式である。しかしながら、この方面の技術や研究は余り普及していない、現在まだ研究開発の途上にありいろいろのことが検討されている。

われわれも磁界の精密測定と同時に、極低温での NMR の物性実験を行なうために、これらのことを十分参考にして、Junction FET から MOS-FET に代えることを試みた。ここではルビー中の  $\text{Al}^{27}$  核の NMR を目標として、発振周波数は磁界約 16kG（V-バンドのルビー中  $\text{Cr}^{3+}$  の ESR に相当する磁界）では 17.5MHz であることに注目した。本報では、用いた MOS-FET の原理、その静特性、抵抗、コンデンサ類の再現性、20MHz 近傍の発振器の試作、これによって得られた室温のプロトンおよびルビー中  $\text{Al}^{27}$  核の NMR 実験、などについて述べる。

## 2 MOS-FET

現在市販されている FET 素子の素材は殆どがシリ

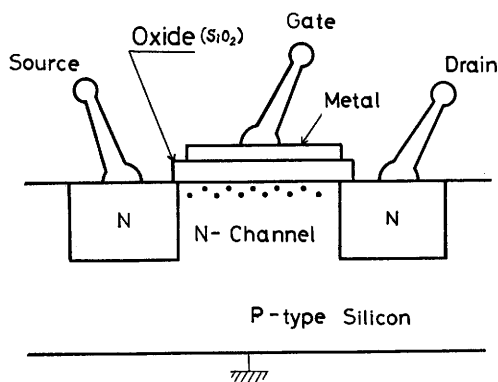


Fig. 1 A simplified Enhancement-type N-channel MOS-FET.

コンで、その基板の伝導型の種類によって N 型と P 型とがある。また構造上の差異で、初めからチャネルの作られている D 型（Depletion Type）と、ある電圧をゲートに加えて初めてチャネルの形成される E 型（Enhancement Type）とがある。Fig. 1 には P 型シリコン基板（通常  $1 \sim 10 \Omega\text{-cm}$  の比抵抗）上に作られた E 型 MOS-FET の構造が示してある。P 型基板上に、N 型不純物を拡散法で添加し、二つの N 型領域（キャリア数  $10^{18} \sim 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ ）を作る。これらの間に FET 作用が動作するチャネル領域があり、その幅は通常製造工程に限度があるため約  $5 \mu$  程度である。ここでは、金属-酸化物（ $\text{SiO}_2$ ）-半導体（MOS）構造を形成し、酸化膜の厚みは  $800 \sim 2000 \text{ \AA}$  である。それぞれの電極は、Fig. 1 に示すように、ソース、ゲート、ドレインと呼ばれている。以下で述べるように、動作原理としては、ソース・ドレイン間電流がゲート電圧によって変化することにある。

これは MOS 構造近傍の様子をバンド構造によって示すことから容易にわかる（Fig. 2）。P 型半導体が薄い酸化物をはさんで金属と接したときには、図のように価電子帯と伝導帯がわん曲し、フェルミ準位が金属のそれと一致する。酸化膜に正イオンがとらえられ、半導体表面には少数キャリアの電子が集まり、ここに負の電荷が蓄積されているので反転層（Inversion-layer）が形成される。同時に、多数キャリアである

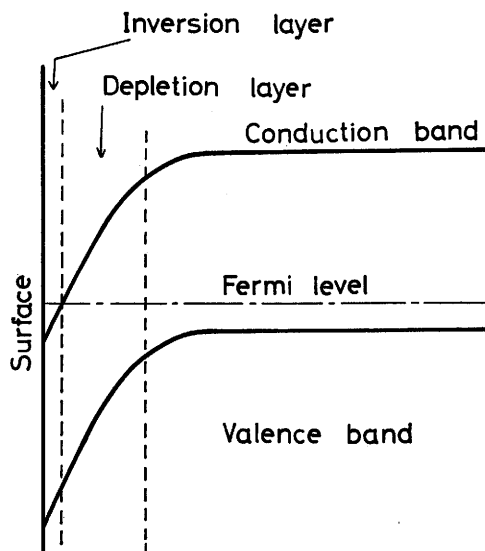


Fig. 2 The energy level diagram of an oxide p-type semiconductor contact, where a metal level is not indicated.

\*\* Metal-Oxide-Semiconductor Field Effect Transistor, 以下これらを MOS-FET という。

正孔はこの近傍で電子と再結合しているため空乏層 (Depletion layer) ができ、ここにはイオン化したアクセプタ中心しかいない。この状態で正または負の電圧を外部から印加すると、それに応じて価電子帯のわん曲が変化し、したがって空乏層の深さも変化する。通常の動作では、ゲート電圧は負に印加され、ソース・ドレイン電流はこの電圧に依存して変化する。通常のトランジスタおよび Junction FET では、熱的に励起されたキャリアが伝導帯や価電子帯を移動することを利用しているため、低温ではこれらのキャリアが減少し動作が極めて小さくなるが、MOS-FET は原理上低温まで使用できることがわかる。勿論、ソース・ドレイン間はキャリアが移動するから、低温になるとその間の電流は減少するが、上述のように N 型領域は  $10^{18} \sim 10^{20} \text{ cm}^{-3}$  と縮退半導体となっているので、それでもまだ十分動作する。後述のように、電流の減少はキャリア数よりもむしろ移動度の方に原因すると考えられる。

### 3 実験および考察

#### 3.1 MOS-FET の静特性と抵抗 およびコンデンサの温度変化

まず回路を組立てるに当り、使用する箇箇の部品の基礎的な測定を行なった。Fig. 3 には、今回用いた MOS-FET (3SK35) の静特性を室温, 77, 4.2K において測定した結果が示してある。この素子のゲート電極は二ヶあり、二極ゲート型 (dual gate) と呼ばれている。そのうちの一つをソース電圧に対して一定の値 ( $V_{G2S}=2\text{V}$ ) にして、他方のゲート・ソース間電圧  $V_{G1S}$  をパラメータにとり、ドレイン電流  $I_D$  をソース・ドレイン電圧  $V_{DS}$  の関数として示したものである。 $I_D$ - $V_{DS}$  曲線において、 $I_D$  が  $V_{DS}$  とともに急激に増加する部分 (非飽和領域) と、一定値になる部分 (飽和領域) とに分けられる。いま、 $V_{G1S}$  が一定のとき、飽和領域の電流値  $I_{Dm}$  は温度の低下とともに減少することがわかる。 $I_{Dm}$  は簡単化した計算によると<sup>9)</sup>

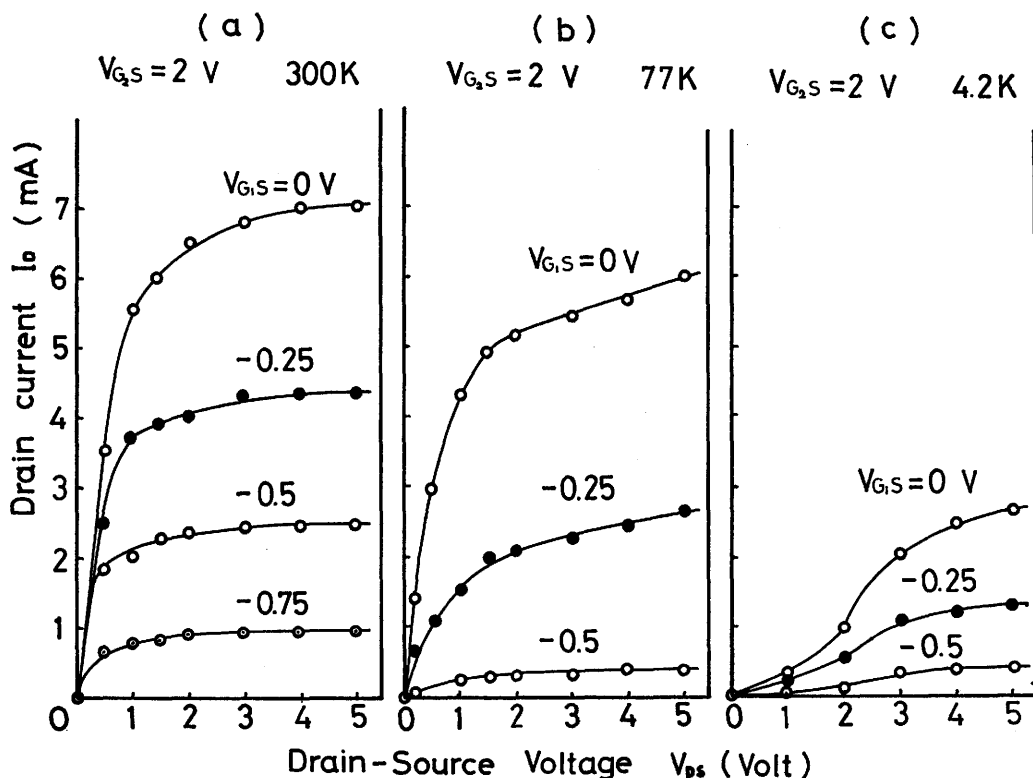


Fig. 3 The drain current  $I_D$  against the drain-source voltage  $V_{DS}$  for a MOS-FET (3SK35, Toshiba), the first gate-source voltage  $V_{G1S}$  being a parameter at a fixed value of the second gate-source voltage  $V_{G2S}=2\text{ V}$ , (a) at 300K, (b) at 77K, and (c) at 4.2K.

$$I_{DM} = \frac{\beta}{2} (V_{G1S} - V_{th})^2; \beta = \frac{W}{L} \cdot \frac{\epsilon}{t} \mu$$

と表わせる。ここに、 $V_{th}$  は固有のしきい値、 $W$  はゲートの幅、 $L$  はゲートの長さ（ソース・ドレイン間距離）、 $\epsilon$  は酸化膜の誘電率、 $t$  は酸化膜の厚さ、 $\mu$  はキャリアの移動度である。いま、 $W$ 、 $L$ 、 $\epsilon$ 、 $t$  は温度によらないとすれば、 $I_{DM}$  の温度変化は  $\mu$  の変化と考えられるから、Fig. 3 の結果は、キャリア数よりも移動度の減少によると理解される。本報の目的は、これらの物性ではないのでこれ以上の議論は行なわない。ともかく、津田ら<sup>8)</sup>の報告と同じように、MOS-FET

Table 1. Some typical variations with temperature of the resistances for metal-film resistors and of the capacitance for silvered mica, commercially available.

Temperature (K)	Resistance (k $\Omega$ )		Capacitance (pF)
300	1.0	200	100
80	1.0	200	110
4.2	1.1	290	125
300	1.1	200	120

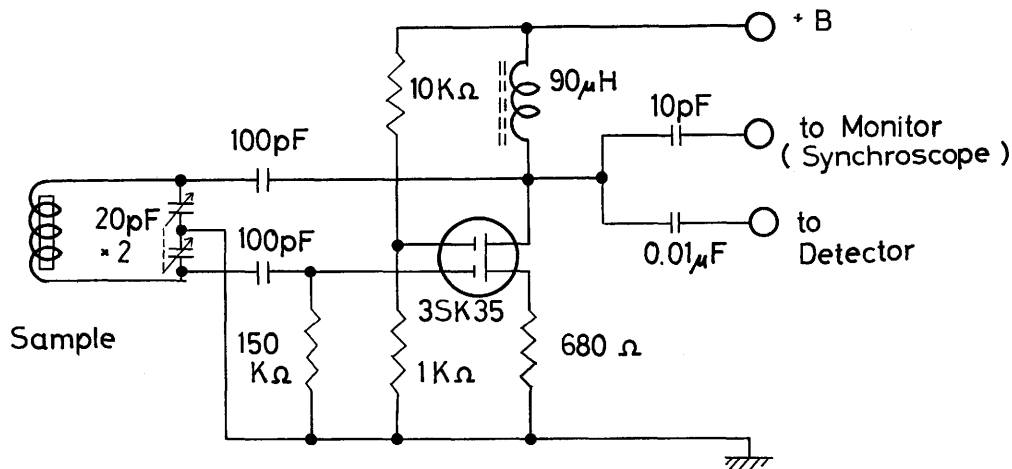


Fig. 4 A marginal NMR oscillator with MOS-FET.

が液体ヘリウム温度でも動作することがわかった。

つぎに、発振器の構成部品には、抵抗体としては金属被膜抵抗、固定コンデンサにはシルバードマイカが低温で使用できることがわかっていて、<sup>7,8)</sup> われわれもこれらを使うことにした。Table 1 に、入手した市販品の測定結果を示す。これらは十分再現性があり、実際に発振器を組立てて発振周波数の温度変化を観測したところ、殆ど周波数は変わらないことがわかった。なお、可変コンデンサは通信機用のアルミニウム板のバタフライ型を用いた。

### 3.2 NMR 発振器

Fig. 4 に試作したマージナル発振器の回路図を示す。上述のように、用いた FET (3SK35) は二極ゲート型で、一方のゲートは B 電源（5～25V）から抵抗 10K $\Omega$  を介して一定の電圧が印加され、他方のゲートは LC 同調回路に接続されている。ソース電極から出力信号を出し、一つは発振状態の観測のため 10pF の

コンデンサを介してシンクロスコープへ、他は 0.01  $\mu$ F を通して検波および増幅回路へと接続される。発振周波数が 20MHz、かつ動作が安定になるよう部品の選択を試みた結果、現在は Fig. 4 に示すそれぞれの値が良好であった。なお、今は検波および増幅回路は、デュワの外側にあるが、同様に MOS-FET を用いてこれらも一緒に組み込むことを検討している。

NMR 分光装置のブロックダイアグラムを Fig. 5 に示す。これは従来のと同じである。<sup>2)</sup>

### 3.3 発振器の動作

Fig. 6 は、試作した発振器を液体ヘリウムにつけたときの約 20MHz の発振状態を、シンクロスコープ上でみた波形である。このとき B 電源は 19V であった。15V 以下では発振が停止した。写真の画像が鮮明でないのは、このとき用いたデュワの真空度が少し不良だったためか、ヘリウムの蒸発が激しく発泡による機械的振動が装置に悪い影響を及ぼしたものと思

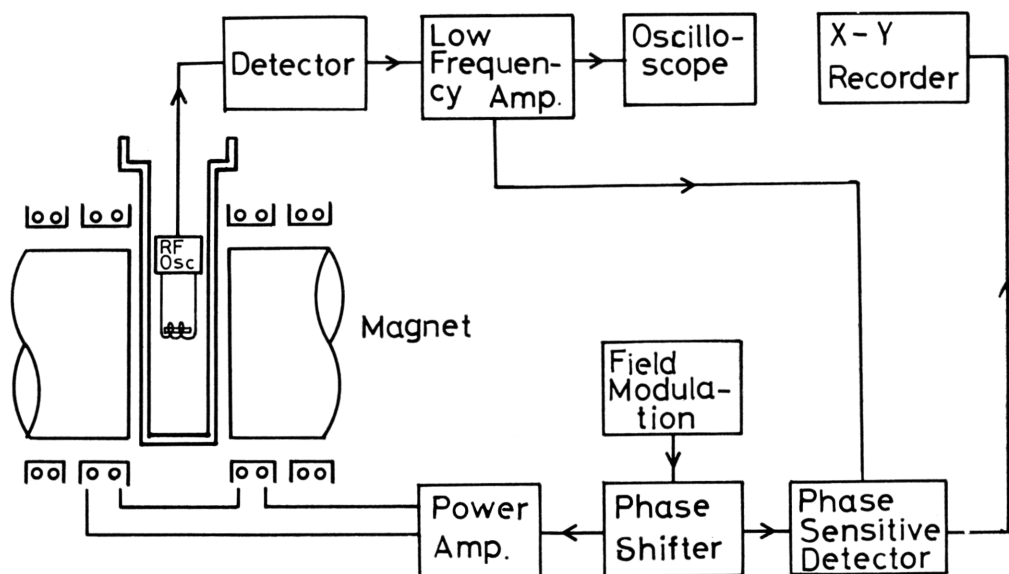


Fig. 5 A block diagram of NMR spectrometer with a magnetic field modulation at 80 Hz.

われる。また、可変コンデンサの電極間の誘電率のゆらぎ（気体と液体ヘリウムの差）も一因と考えられる。これらは十分静かな液体中につければ解決されるものである。さらに、できれば発振器全体を密封したカプセル内に入れるのが望ましい。勿論、MOS-FETなどの素子の電気的特性の安定性についても検討しなければならない。しかし、各素子の温度変化は余り大きくないので、発振周波数は温度によって殆ど変わらないことがわかった。

最後に、この装置を用いて得られたプロトン ( $H^1$ ) とルビー中の  $Al^{27}$  核の室温における NMR 信号を

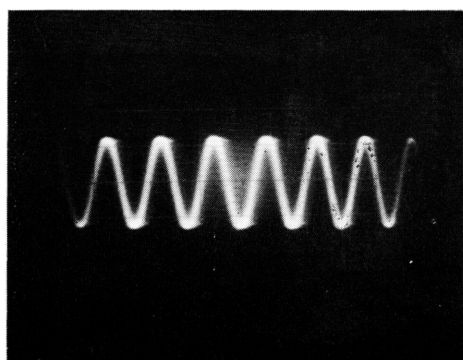


Fig. 6 One example of 20 MHz oscillation at 4.2 K, the peak-to-peak height being about 1 V at the B-supply of 19 V for the MOS-FET.

Fig. 7に示す。磁場変調は 80Hz である。従来得られた信号にくらべると、<sup>2)</sup> 今回の信号はまだ十分とはいえない。信号の分解能、S/N 比など不十分であるが、初めて試作した MOS-FET を用いたマージナル発振器で NMR 実験を行なうことができる見通しがつけられた。

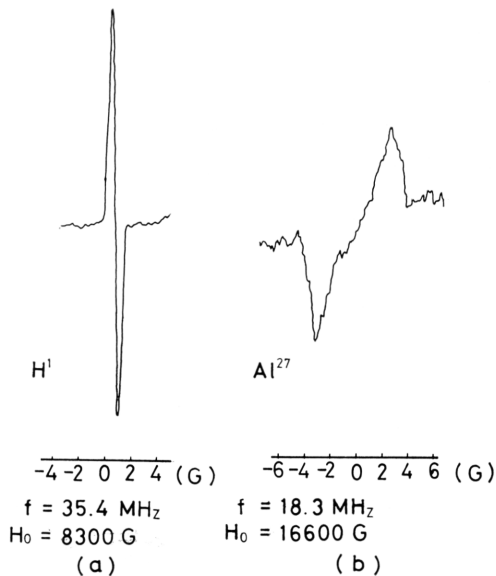


Fig. 7 NMR signals at room temperature for (a) proton ( $H^1$ ) and (b)  $Al^{27}$  in ruby.  $H_0$  is the static magnetic field and  $f$  the frequency.

#### 4 ま と め

NMR 発振器の小型化（これは直接電磁石用デュワーに入れることも含む）、熱雑音を小さくすることを目的として、最近注目されている MOS-FET を用いたマージナル発振器を試作した。今回の予備的な実験結果はつぎのように要約されよう。

i) MOS-FETは 液体ヘリウム温度まで動作する。ドレイン（ソース間）電流  $I_D$  はゲート（ソース間）電圧  $V_{DS}$  に依存し、飽和領域の電流  $I_{Dm}$  は低温とともに減少する。これはキャリア移動度の減少と考えられる。

ii) 市販の金属被膜抵抗、シルバードマイカを調べたところ温度を下げてても再現性がみられる。

iii) これらの素子で マージナル型 パウンドボックスを組立て、ルビー中の  $\text{Cr}^{3+}$  の V- バンド ESR に相当する磁界、約16kG での  $\text{Al}^{27}$  核の NMR に対する周波数 20MHz 近傍の発振を、室温、77, 4.2K で観測した；周波数は温度によって殆ど変化しない。しかし、4.2K ではまだ十分安定な動作ではない。

iv) この装置でプロトンおよびルビー中の  $\text{Al}^{27}$  核の NMR 信号が得られたが、分解能、S/N 比とも良好とはいえない。

以上の予備的な実験で一つの見通しがつけられたが、今後これを NMR の物性研究に適用するまでには多くの検討する余地がある。すなわち、

- 1) 使用する各素子（MOS-FET, 抵抗, コンデンサ類）の電気的特性の温度変化を調べる。
- 2) 同時に、実際には電磁石にとりつけるため、これらの磁界の効果も調べる。
- 3) 液体寒剤（ $\text{N}_2$ , He）の発泡の影響を極力おさえるために、密封式のカプセル内に組み込む。
- 4) 発振周波数を外部から可変できるように、可変

コンデンサの回転機構を付ける。

5) 今回は、二極ゲート型 MOS-FET のドレイン回路から出力を出し、検波および増幅回路はデュワーの外においたが、これらも同時に MOS-FET を用い同じカプセル内に入れることにより、感度の向上、安定化を行なう。

6) さらに、電磁石の代りにすでに作製した超伝導マグネット<sup>10)</sup> を使って NMR 実験を進める。

現在、これら多くの問題を検討している。

（本研究の一部は、応用物理学会：昭46年10月および物理・応物北陸支部会：昭46年12月において、発表したものである。）

#### 謝 辞

実験の一部を手伝って頂いた筒井保夫君、またいろいろと技術援助した坪川勝治、斉藤忠昭両技官、八重口修省、加藤進、上田和男、その他応物第二講座の皆さんに感謝する。また、金属被膜抵抗を提供して頂いた沢田課長、野村外志雄氏（福井松下）に謝意を表したい。本研究の一部は、文部省科学研究費によって行われることも付記したい。

#### 文 献

- 1) 八木, 立川; 福井大工研 15 (1967) 283.
- 2) 八木, 立川, 西沢; 福井大工報 16 (1968) 331.
- 3) R. L. Garwin and A. M. Patlach: Rev. Sci. Instr. 36 (1965) 741.
- 4) 嘉田, 田辺; 応物4年生卒論 (未発表), 昭45年3月.
- 5) 前川; 応物4年生卒論 (未発表), 昭46年3月.
- 6) 平井; 京大極低温月報 7 (1968)2.
- 7) D. Gill, N. Kaplan, R. Thompson, and V. Jaccarino; Rev. Sci. Instr. 40 (1969) 109.
- 8) 津田, 千葉; 京大極低温月報 21 (1970) 4.
- 9) 山崎, 大久保; MOS-ICとFET (産報, 東京, 1970) 第6章, 168頁.
- 10) 八木, 井上, 立川, 加藤, 八重口; 福井大工報 19 (1971) 93, 同 19 (1971) 137.

(昭和47年3月28日受理)